

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-259097

(43)Date of publication of application : 16.10.1989

(51)Int.Cl.

C10M169/02  
 //(C10M169/02  
 C10M105:18  
 C10M115:08 )  
 C10N 30:08  
 C10N 50:10

(21)Application number : 63-086631

(71)Applicant : KYODO YUSHI KK

(22)Date of filing : 08.04.1988

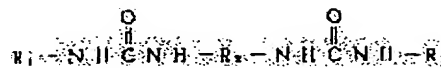
(72)Inventor : KAGEYAMA HACHIRO  
 TSUCHIYA MASANORI  
 KIMURA HIROSHI  
 ENDO TOSHIKI

## (54) GREASE COMPOSITION HAVING LONG LIFE AT HIGH TEMPERATURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the title composition useful for manufacturing automobiles, slightly evaporating and oxidizing at a high temperature, having excellent shear stability and adhesivity, by blending a base oil containing an alkyl diphenyl ether oil with a specific amount of a specific diurea compound as a thickening agent.

CONSTITUTION: A base oil comprising an alkyldiphenyl ether oil an essential component is blended with 2-35wt.% diurea compound shown by the formula [R1 and R3 are 6-12C aromatic hydrocarbon or 8-20C straight chain alkyl (the ratio of aromatic hydrocarbon group in R1 and R3 is 50-100mol%); R2 is 6-15C aromatic hydrocarbon] as a thickening agent to give the aimed composition.



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A) 平1-259097

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 平成1年(1989)10月16日  
 C 10 M 169/02 8217-4H  
 //C 10 M 169/02 8217-4H  
 105:18 8217-4H  
 115:08 8217-4H  
 C 10 N 30:08 8217-4H  
 50:10 8217-4H 審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 高温で長寿命を有するグリース組成物

⑯ 特 願 昭63-86631

⑰ 出 願 昭63(1988)4月8日

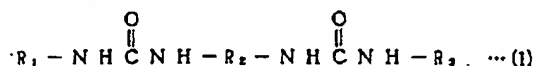
⑱ 発 明 者 影 山 八 郎 神奈川県鎌倉市手広133-302  
 ⑱ 発 明 者 土 谷 正 憲 神奈川県横浜市戸塚区汲沢5-12-17  
 ⑱ 発 明 者 木 村 浩 神奈川県藤沢市大庭3910 藤沢西部団地2-24-2433  
 ⑱ 発 明 者 遠 藤 敏 明 神奈川県藤沢市辻堂元町4-15-17  
 ⑲ 出 願 人 協同油脂株式会社 東京都中央区銀座2丁目16番7号  
 ⑳ 代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外1名

## 明 細 書

1. 発明の名称 高温で長寿命を有するグリース組成物

## 2. 特許請求の範囲

1. アルキルジフェニルエーテル油を必須成分とする基油に、増ちょう剤として次の一般式



(式中のR<sub>2</sub>は炭素数6~15の芳香族系炭化水素基、R<sub>1</sub>およびR<sub>3</sub>は炭素数6~12の芳香族系炭化水素基または炭素数8~20の直鎖アルキル基を示し、R<sub>1</sub>およびR<sub>3</sub>中に占める芳香族系炭化水素基の割合は、50~100モル%である)で表されるジウレア化合物を2~35重量%配合したことを特徴とする高温で長寿命を有するグリース組成物。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

近年の機械技術の進歩は著しく、自動車産業では、部品の小型・軽量化による軸受の高速化が進

み、潤滑箇所が高温となる傾向がある。特に電装品では、潤滑箇所が発熱体であるエンジンに直結あるいは近傍に位置しており高温化が著しい。また、製鉄産業においても、連続鋳造設備等の普及により、高温の潤滑箇所が増加している。本発明は、これらの潤滑条件に応える高温で、長寿命、高信頼性を有するグリース組成物に関するものである。

(従来の技術)

このような高温箇所の潤滑をグリースの使用技術から見ると、例えば自動車産業では、潤滑部品の早期交換によって、また製鉄産業では、グリースの集中給脂によって対処されてきた。しかし、これらの方法は、メンテナンスフリー化や省資源等の考え方に反するものである。

グリースの内容では、高温で長寿命を有するグリースを得る為に、様々な改良、発明がなされており、その多くはグリースの基本となる基油と増ちょう剤に関するものであった。

(発明が解決しようとする課題)

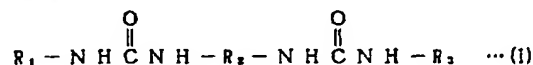
かかる現況下で、基油の面では市場のグリースの多くのものでは鉱油が使用されている。鉱油は、蒸発・酸化劣化の点で、高温での連続使用に耐えない。合成油であるエステル油やポリ $\alpha$ オレフィン油は、一般に鉱油より耐熱性に優れるが、前者は、高温潤滑に対して粘度が不足している事、蒸発・酸化劣化の点で、後者は、蒸発・酸化劣化およびこれに伴うスラッジの生成等の欠点があり、160℃以上での長時間の使用に耐えない。増ちょう剤の面では、金属石けん系は、高温下で増ちょう剤構造が破壊され長期の使用に耐えず、クレイ系は、高温下での潤滑性に欠点がある。ウレア系は、これらより良好な耐熱性を示すが、末端基が、脂肪族および脂環族主体のものは、せん断安定性に欠点があり、また潤滑面に対しての付着性も劣る事より潤滑部からの軟化漏洩という欠点があった。

従って本発明は、基油に、高温下において蒸発・酸化劣化、スラッジ生成の少ない耐熱性の優れた

合成油を使用し、増ちょう剤に、せん断安定性、付着性の優れたウレア系化合物を使用する事により、高温で長寿命を有するグリースを得る、この高い信頼性を有するグリースを産業界に提供することで、メンテナンスフリー化、省資源化を促進することを目的としている。

(課題を解決するための手段)

本発明は、高温で長寿命かつ高信頼性を有するグリースを得るべく鋭意研究の結果達成されたもので、合成油としてアルキルジフェニルエーテル油を必須成分とする基油に、増ちょう剤として、次の一般式



(式中の $R_2$ は炭素数6~15の芳香族系炭化水素基、 $R_1$ および $R_3$ は炭素数6~12の芳香族系炭化水素基または炭素数8~20の直鎖アルキル基を示し、 $R_1$ および $R_3$ 中に占める芳香族系炭化水素基の割合は、50~100モル%である)で表されるジウレア化合物を2~35重量%配合したことを特徴とする高温

で長寿命を有するグリース組成物に関するものである。

本発明に用いられるアルキルジフェニルエーテルは、ジフェニルエーテル1モルと、炭素数10~22の $\alpha$ -オレフィン1~3モルの付加反応により得られ、 $\alpha$ -オレフィンの炭素数、使用モル数によって性状は異なるが、無色から黄色の透明液体であり、それ自体公知物質である。アルキルジフェニルエーテル油に関しては、特公昭51-44263号公報にアルキルジフェニルエーテル油を必須成分とするロータリーポンプ油、特公昭52-1722号公報に耐海水性作動油、特公昭52-24628号公報に拡散ポンプ油、特公昭58-22515号公報に高温下で使用されるチェーン用潤滑油が開示されている。本発明においては、アルキルジフェニルエーテルの含有量は特に限定しないが、高温で長寿命を有するグリースを得る為に、好ましくは、基油に対して50重量%以上を含有させる必要があり、併用できる基油は、例えば鉱油、およびジエステル、テトラエステルに代表されるエステル系合成

油、ポリ $\alpha$ オレフィンで代表される合成炭化水素油である。

また、増ちょう剤として用いられる式(I)で表わされるジウレア化合物は、通常、ジイソシアネートとモノアミンの反応で得られるもので、本発明においては式(I)中の $R_1$ および $R_3$ 中に占める芳香族系炭化水素基の割合は50~100モル%とするが、このようにする理由は50モル%未満ではせん断安定性および潤滑面に対しての付着性に劣り、高温下では軸受からの漏洩が大きく、長時間の使用に耐えないからである。上記反応後に $R_2$ となるジイソシアネートとしては、2,4-トリレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート、ナフチレン-1,5-ジイソシアネート等の芳香族イソシアネートおよび、これらの混合物であり、 $R_1$ 、 $R_3$ となるモノアミンとしては、アニリン、ベンジルアミン、トルイジン、クロロアニリン等の芳香族アミンおよび、オクチルアミン、ノニルアミン、デシルアミン、ウンデシルアミン、ドデシルアミ

ン、トリデシルアミン、テトラデシルアミン、ペンタデシルアミン、ヘキサデシルアミン、ヘプタデシルアミン、オクタデシルアミン、ノニルデシルアミン、エイコシルアミン等の直鎖アミンである。上記ジウレア化合物の配合量は、基油に対して2～35重量%で、2重量%未満では、得られるグリースは流動状であり、また35重量%を超えると固体化してしまうためいずれも軸受等を潤滑するグリースとして適さない。

また、本発明のグリース組成物には、必要に応じて、酸化防止剤、防錆剤、極圧剤、油性剤、固体潤滑剤等の添加剤を添加することができる。

#### (作 用)

本発明に使用したアルキルジフェニルエーテル油は、高温下で、十分な粘度を有し、従来の合成油、すなわち、エステル油や、ポリ $\alpha$ -オレフィン油より高温下での蒸発が少なく、また、酸化安定性に優れスラッジの生成も少ない。また、末端芳香族および末端芳香族主体のジウレア化合物を増ちょう剤としたグリースは、ウレアグリース特

有の良好な耐熱性、酸化安定性を示す事はもとより、良好なせん断安定性、付着性を示し、軸受からの漏洩が少ない事が確認された。

本発明のグリース組成物は、耐熱性、酸化安定性に優れるアルキルジフェニルエーテルを必須成分とした基油を使用し、増ちょう剤に耐熱性、酸化安定性、せん断安定性、付着性に優れる末端芳香族および末端芳香族主体のジウレア化合物を使用した事で、高温下で、長寿命である事を可能にした。

#### (実施例)

以下、本発明を実施例により具体的に説明する。

尚、各実施例および比較例において表1および2に示す配合成分に基づいてグリースを製造し、次に示す方法により物性を評価した。

(イ) ちょう度…JIS K 2220による。

(ロ) 含水10%セルロール…ASTM D 1831 に従い、80℃×168hr の試験を行い25℃における1/4 混和ちょう度(JIS K 2220)を測定する。  
今回は、促進条件としてグリース中に水を10

%加え、試験を行った。

(ハ) 軸受潤滑寿命…ASTM D 1741 に従い、180℃にて試験を行った。また、試験前後の軸受の重量を測定し、次式により、グリース残存量を算出した。

$$\text{残存量\%} = \frac{\text{試験前軸受の重量} - \text{試験後軸受の重量}}{\text{グリース量}} \times 100$$

#### 実施例1～5

反応容器に、表1に示す基油の半量とモノアミン全量を取り、70～80℃に加温した。別容器に、基油半量とジイソシアネート全量を取り70～80℃に加温し、これを反応容器に加え攪拌した。発熱反応の為、反応物の温度は上昇するが、約30分間、この状態で攪拌を続け、反応を充分に行った後、昇温し175～185℃で30分間保持し冷却した。これを3段ロールミルで、混練し、目的のグリースを得た。

#### 実施例6

反応容器に、基油156.0 gとオクタデシルアミン全量を取り、70～80℃に加温した。別容器に、

基油156.0 gとトリレンジイソシアネート21.2 gをとり70～80℃に加温し、これを反応容器に加え、攪拌した。約30分間、攪拌を続けた後、これを昇温すると180～200℃で、完全に溶解するので、ただちに冷却し、3段ロールミルで混練した。これで得たグリース400 gと実施例3で得たグリース1600 gを均一に混合し、3段ロールミルで、混練し、目的のグリースを得た。

#### 比較例1, 2, 4

実施例1～5と同一方法により、但し表2の配合成分を用いて目的のグリースを得た。

#### 比較例3

反応容器に、基油780.0 gとオクタデシルアミン全量を取り、70～80℃に加温した。別容器に、基油780.0 gとトリレンジイソシアネート106.0 gをとり70～80℃に加温し、これを反応容器に加え、攪拌した。約30分間、攪拌を続けた後、これを昇温すると180～200℃で、完全に溶解するので、ただちに冷却した。これを3段ロールミルで混練し、目的のグリースを得た。

尚、実施例および、比較例に示されるアルキルジフェニルエーテル油は、40℃の動粘度が123.0 cSt、粘度指数125、引火点284℃の性状を有する合成油、ペンタエリスリトールエステル油は、40℃の動粘度が、29.6 cSt、粘度指数124、引火点254℃の性状を有する合成油を基油とした。また使用したトリレンジイソシアネートは、2,4-トリレンジイソシアネートと2,6-トリレンジイソシアネートが8:2である市販品を使用した。

表 2

	比較例 1	2	3	4
基油 (g)	744g72-B1 -7gB 1699.8	744g72-B1 -7gB 1700.2	744g72-B1 -7gB 1560.0	744g72-B1 -7gB 1560.0
ジイソシアネート (g)	744g72-B1 -7gB 94.2	744g72-B1 -7gB 167.2	744g72-B1 -7gB 106.0	744g72-B1 -7gB 176.8
モノアミン (g)	744g72-B1 -7gB 206.0	744g72-B1 -7gB 132.6	744g72-B1 -7gB 334.0	744g72-B1 -7gB 190.6
増ちょう剤 (g)	-	-	-	32.6
増ちょう剤 (25℃)	288	287	276	272
含水10% (80℃×168hr)	440<	440<	440<	312
軸受潤滑寿命 (180℃) 時間 (hr)	40	200	20	280
残存量 (%)	6	30	2	32

表 1

	実施例 1	2	3	4	5	6
基油 (g)	744g72-B1 -7gB 1600.0	744g72-B1 -7gB 1630	744g72-B1 -7gB 1560.0	744g72-B1 -7gB 1560.0	744g72-B1 -7gB 1248.0	744g72-B1 -7gB 1560.0
ジイソシアネート (g)	744g72-B1 -7gB 229.4	744g72-B1 -7gB 199.2	744g72-B1 -7gB 194.7	744g72-B1 -7gB 168.4	744g72-B1 -7gB 168.4	744g72-B1 -7gB 177.0
モノアミン (g)	744g72-B1 -7gB 170.6	744g72-B1 -7gB 170.8	744g72-B1 -7gB 209.6	744g72-B1 -7gB 165.8	744g72-B1 -7gB 165.8	744g72-B1 -7gB 167.7
増ちょう剤 (25℃)	284	285	265	285	286	270
含水10% (80℃×168hr)	321	325	302	377	384	362
軸受潤滑寿命 (180℃) 時間 (hr)	460	480	500	480	420	480
残存量 (%)	60	61	62	56	55	55

実施例および、比較例をせん断安定性で整理すると、増ちょう剤であるジウレア化合物の末端基が、芳香族系が主体であるもの、即ち実施例1～6と比較例4が良好である。また、軸受潤滑寿命試験 (180℃) における残存量は実施例が全て良好である。比較例では、増ちょう剤の耐熱性が不足しており、熱による軟化で、軸受外に漏洩するもの (比較例1, 3) や極度のチャネリング現象で、軸受外に脱落が見られるもの (比較例2) が見られた。これらの現象は、潤滑寿命時間にも顕著に現れている。比較例4は、増ちょう剤が、末端芳香族系のジウレア化合物である為、せん断安定性、付着性が良かったが、基油の蒸発、酸化が大きく、実施例より短寿命であった。

#### (発明の効果)

以上説明から明らかなように本発明のグリース組成物は、アルキルジフェニルエーテル油を必須成分とする基油に特定のジウレア化合物を特定量配合したことにより、高温下で、蒸発、酸化が少なく、またせん断安定性付着性に優れ、長寿命で

ある事を可能ならしめた。

特許出願人 協同油脂株式会社

代理人弁理士 杉 村 暁 秀



同 弁理士 杉 村 興 作

